

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 02138900  
PUBLICATION DATE : 28-05-90

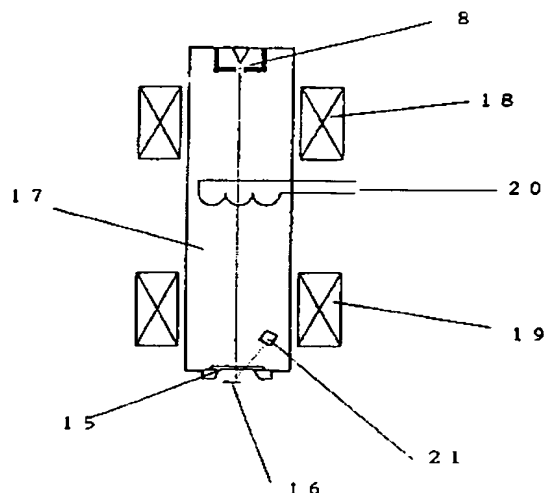
APPLICATION DATE : 18-11-88  
APPLICATION NUMBER : 63291885

APPLICANT : NIKON CORP;

INVENTOR : SUGIMURA HIROYUKI;

INT.CL. : G21K 5/00 H01J 33/04 H01L 21/027

TITLE : ELECTRON BEAM TRANSMISSION  
WINDOW



ABSTRACT : PURPOSE: To make it possible to sufficiently correspond to a specimen impossible of being directly exposed in vacuum and observe the fine structure of an organism in a live condition by having a electron beam transmission film of self- support which makes carbon a main component.

CONSTITUTION: The window material of an electron beam permeation film is an electron beam permeation of self-support which makes carbon a main component, particularly a diamond-like carbon film and a diamond film are used. In this case, an electron beam short from an electron gun 8 is irradiated on a specimen 16 through the electron beam transmission film 15 by a focusing lens 18, a scanning coil 20 and a projection lens 19. The electron beam reflected from the specimen enters in the inside of a vacuum vessel 17 through the electron beam transmission widow 15 again and detected by a detector 21. As a result, it is possible to sufficiently correspond to the specimen impossible of being directly exposed in vacuum and the fine structure of an organism can be observed in a live condition.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-138900

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)5月28日

G 21 K 5/00  
H 01 J 33/04  
H 01 L 21/027

W 8805-2G  
6680-5C

8831-5F H 01 L 21/30 3 4 1 G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

⑮ 発明の名称 電子線透過窓

⑯ 特 願 昭63-291885

⑰ 出 願 昭63(1988)11月18日

⑱ 発 明 者 杉 村 博 之 東京都品川区西大井1丁目6番3号 株式会社ニコン大井製作所内

⑲ 出 願 人 株 式 会 社 ニ コ ン 東京都千代田区丸の内3丁目2番3号

⑳ 代 理 人 弁 理 士 渡 辺 隆 男

# 明 細 書

## 1. 発明の名称

電子線透過窓

## 2. 特許請求の範囲

1. 炭素を主成分とする自己支持の電子線透過膜を有することを特徴とする電子線透過窓。

2. 前記電子線透過膜は、ダイヤモンド状炭素膜又はダイヤモンド膜であることを特徴とする請求項1記載の電子線透過窓。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、電子線を利用する機器の電子線透過窓に関する。

(従来の技術)

電子線は大気中での減衰が大きいため、従来より電子線の利用は真空中に限られてきた。そのため、電子線を利用する機器(例えば、電子顕微鏡や電子線露光装置、及び電子線測長器など)は、 $10^{-5}$  Torr以上の高真空中で試料を扱う必要があるため、試料の交換や準備に要する時間が長く、

作業性が極めて悪かった。また、生体の微細構造を生きた状態で観察することが要求される医学、バイオテクノロジー等の今後の発展に寄与するためにも、試料を大気圧で取扱える手段が必要となっている。

(発明が解決しようとする課題)

そのために、電子線を利用する機器において、試料の直前に電子線を透過させる窓を置き、試料と窓との間の極く短い空間だけでも大気圧にすることが出来るならば、前記の機器は試料を大気圧で扱うことが可能になり、操作が非常に簡素化され作業性が向上する。

しかしながら、上述のようなことを可能ならしめるためには、電子線を十分に透過させ、しかも、窓の両側にかかる圧力差に耐えられるだけの機械的強度を持った、電子線透過窓が必要とされる。当然ながら、電子線透過窓に使用する電子線透過膜も同様である。

例えば電子線を利用する機器が電子顕微鏡であれば、分解能の低下防止のため、透過する電子線

BEST AVAILABLE COPY

に無用な散乱を起こさせないように、電子線透過膜は均質であること、すなわち、非晶質か単結晶であることが望まれる。また、電子線透過膜を透過しなかった電子線のほとんどは膜に吸収されて熱となるので、電子線透過膜は放熱の良いこと、すなわち、熱伝導率が高いことも必要となる。

このような要求を満たす材料としては、SiC薄膜・BN薄膜等が考えられる。しかしながらこれらの物質では、電子線透過率、機械的強度、化学的安定性、放熱性が充分ではなかった。

本発明の目的は、電子線透過率が高く、機械的強度及び化学的安定性があり、放熱性に優れている電子線透過窓を提供することにある。

〔課題を解決する為の手段〕

上記目的の為に本発明では、電子線透過窓の窓材料に炭素を主成分とする自己支持の電子線透過膜、特にダイヤモンド状炭素膜、ダイヤモンド膜を用いたことを課題解決の手段とするものである。  
〔作 用〕

ここでいう炭素を主成分とする電子線透過膜は、

ダイヤモンド膜、ダイヤモンド状炭素膜などを称している。

ダイヤモンド膜は、熱フィラメントCVD法、プラズマCVD法、熱焼炎CVD法、電子線CVD法等によって生成する。

ダイヤモンド状炭素膜とは、グンヤモンドライクカーボン、硬質炭素、アモルファスカーボン、i-カーボンとも呼ばれる、一連の炭素膜の総称である。ダイヤモンド状炭素は、CVD法、プラズマCVD法、イオンビーム法、イオンプレーティング法、スパッタ法等によって生成する。

このようにして生成した膜はヤング率が高く、機械的強度があるので、炭化珪素薄膜、窒化ほう素薄膜等よりも変形しにくく、より薄い窓、より広い窓が得られる。

もとより、ダイヤモンド膜、ダイヤモンド状炭素膜は電子線の透過率が高いので、電子線透過窓の窓材に適する。

〔実施例〕

第1図は、本発明の第1の実施例の縦断面図で

- 3 -

あって、ダイヤモンド状炭素膜(2)を支持棒(1)で支持した電子線透過窓である。ダイヤモンド状炭素膜(2)は高周はプラズマCVD法により生成した。

第2図は、本発明の第1の実施例との比較例の縦断面図であって、窒化ほう素膜(3)支持棒(1)で支持した電子線透過窓である。窒化ほう素膜は減圧CVD法で生成した。

前記第1の実施例と比較例の比較を以下に示す。

表 1

電子線透過膜の製造温度	
	成膜温度
ダイヤモンド状炭素膜	1000℃以下
窒化ほう素膜	4000℃

表 2

電子線の透過率			
	透過率		
電子線の加速電圧	30KV	20KV	10KV
ダイヤモンド状炭素膜	95%	91%	76%
窒化ほう素膜	93%	89%	69%

- 5 -

但し 膜厚3μmの場合

表1、表2からわかるように本発明による電子線透過膜は、電子線の透過率が大きく、かつ、低温で生成することが出来る。成膜が低温であるため、基板材料(すなわち支持棒材料)の選択の自由度が高くなるうえ、製造のサイクルタイムを減らすことが出来る。

第3図は本発明の第2の実施例の縦断面図であって、メッシュ状の支持母体(4)の上にダイヤモンド状炭素膜(2)でできた電子線透過膜を形成した。第4図は、本発明の第3の実施例の縦断面図で、第1図の実施例で示した電子線透過膜の上に、補強用のメッシュ(5)を形成している。第5図は、本発明の第4の実施例の縦断面で、メッシュ状の支持母体(4)上に形成したダイヤモンド状炭素膜(2)からなる電子線透過膜上に補強用のメッシュ(5)を形成してある。メッシュ状の支持母体(4)および補強用のメッシュ(5)を使用することにより、電子線透過膜をさらに薄くすることが可能になり、より多くの電子線

- 4 -

—1028—

- 6 -

BEST AVAILABLE COPY

を窓から取り出すことが出来るようになる。

第6図は、本発明の電子線透過膜を作製する行程の一例である。

①ダイヤモンド状炭素膜の支持材料として、シリコンウエハー(6)を使用する。

②シリコンウエハー上にダイヤモンド状炭素膜(2)を形成する。

③シリコンウエハー(6)の裏面に、フォトリソグラフィーの手法を用いて、エッチングマスク(7)を設ける。

④シリコンウエハー(6)を裏面から、30%水酸化カリウム水溶液でエッチングする。

⑤ダイヤモンド状炭素膜(2)に到達するまで、シリコンウエハー(6)をエッチングする

第7図は、本発明による電子線透過窓を利用した透過型電子顕微鏡の縦断面概略図である。電子銃(8)をでた電子線は、集束レンズ(11)によって集束され、電子線透過窓(15)を通過して、真空容器(9)から大気中に出る。電子線は観察試料(16)を通過し、再び電子線透過窓

(15)を通過して真空容器(10)の内部にはいる。電子線は、対物レンズ(12)と投射レンズ(13)で投射スクリーン(14)上に拡大投影される。

第8図は、本発明による電子線透過窓を利用した、反射型電子顕微鏡の縦断面図概略図である。電子銃(8)をでた電子線は、集束レンズ(18)、走査コイル(20)、投射レンズ(19)によって、観察試料(16)上に、電子線透過膜(15)を通して照射される。試料から反射した電子線は、再び電子線透過窓(15)を通過して真空容器(17)の内部に入り、検出器21によって検出される。

なお、電子線透過窓の利用は電子線を利用する機器にて、前記電子顕微鏡の使用の方法のみならず、材料を密閉型容器に入れ、電子線透過窓を設けて真空中で使用してもよい。

(発明の効果)

以上のように本発明によれば、電子線の透過率が高く、機械的強度の大きい電子線透過窓が得ら

- 7 -

- 8 -

れるので、従来、高真空中に限られていた電子線の利用が電子線透過窓を通して大気中でも可能になる。その結果、真空中に直接さらすことが不可能な試料にも十分に対応出来るので、生体の微細構造を生きた状態で観察することが要求される医学、バイオテクノロジー等の分野の発展に寄与出来る。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の第1の実施例の縦断面図である。

第2図は本発明の比較例の縦断面図である。

第3図は本発明の第2の実施例の縦断面図である。

第4図は本発明の第3の実施例の縦断面図である。

第5図は本発明の第4の実施例の縦断面図である。

第6図は本発明の電子線透過窓を作る行程の例を示す縦断面図である。

第7図は本発明による電子線透過膜を利用した、

透過型電子顕微鏡の例を示す縦断面概略図である。

第8図は本発明による電子線透過膜を利用した、反射型電子顕微鏡の例を示す縦断面概略図である。

(主要部分の符号の説明)

- 1-支持枠
- 2-ダイヤモンド状炭素膜
- 3-窒化ほう素膜
- 4-メッシュ状支持枠
- 5-メッシュ状補強材
- 6-シリコンウエハー
- 7-エッチングマスク
- 8-電子銃
- 9-真空容器1
- 10-真空容器2
- 11-集束レンズ
- 12-対物レンズ
- 13-投射レンズ
- 14-投射スクリーン
- 15-電子線透過窓
- 16-観察試料

- 9 -

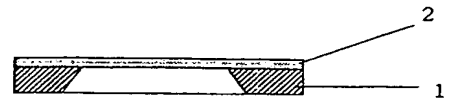
- 1029 -

- 10 -

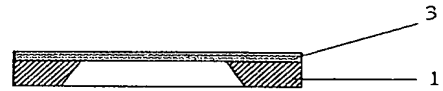
BEST AVAILABLE COPY

- 17-真空容器
- 18-集束レンズ
- 19-投射レンズ
- 20-走査コイル
- 21-検出器

出願人 株式会社 ニコン  
代理人 渡辺 隆 男



第 1 図

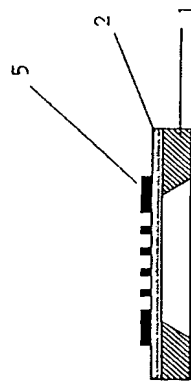


第 2 図

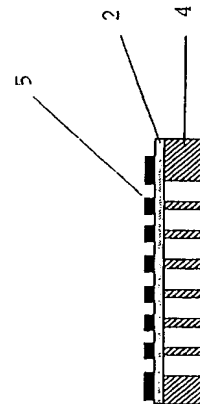
- 11 -



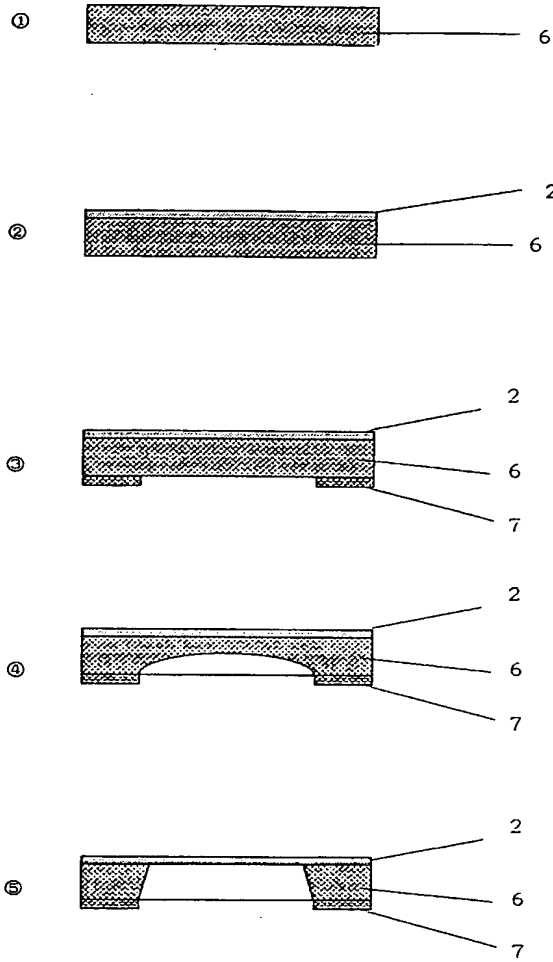
第 3 図



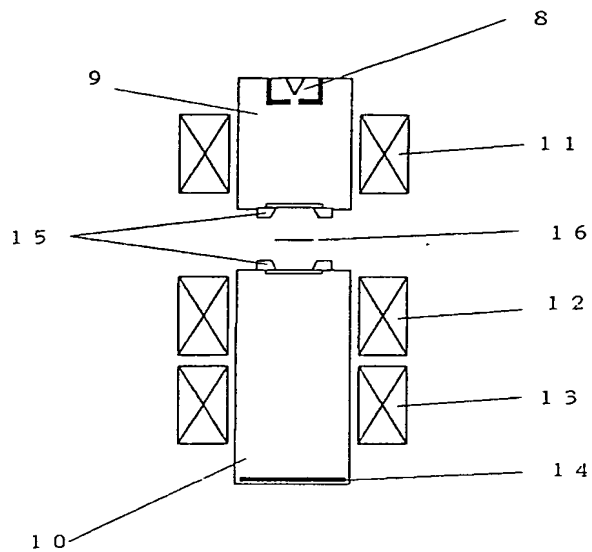
第 4 図



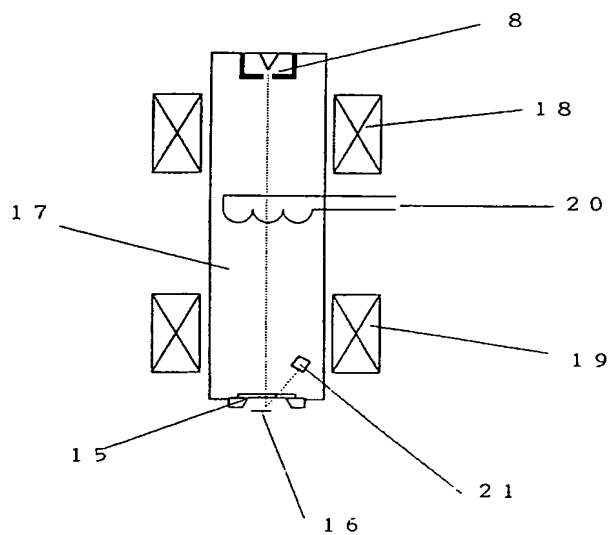
第 5 図



第 6 図



第 7 図



第 8 図